

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-211918

(P2000-211918A)

(43) 公開日 平成12年8月2日 (2000.8.2)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テーマコード (参考)

C 0 1 F 7/02

C 0 1 F 7/02

D 4 G 0 0 4

B 0 1 J 2/00

B 0 1 J 2/00

B 4 G 0 7 6

C 2 2 C 1/00

C 2 2 C 1/00

// C 0 4 B 14/30

C 0 4 B 14/30

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平11-12245

(22) 出願日

平成11年1月20日 (1999.1.20)

(71) 出願人 000006895

矢崎総業株式会社

東京都港区三田1丁目4番28号

(72) 発明者 鈴木 洋司

静岡県裾野市御宿1500 矢崎部品株式会社  
内

(72) 発明者 加藤 達也

静岡県裾野市御宿1500 矢崎部品株式会社  
内

(74) 代理人 100083806

弁理士 三好 秀和 (外8名)

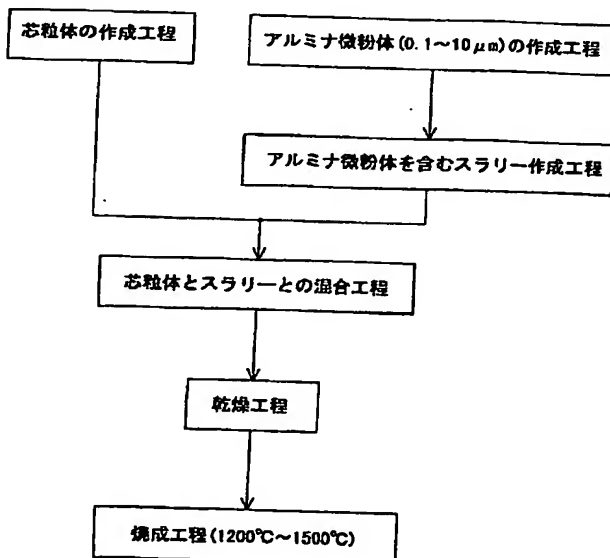
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 軽量アルミナ粒子の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 粒径制御性よく、均一な粒径の軽量アルミナ粒子を製造する方法を提供する。

【解決手段】 目的粒子の核となる、軽量な材料で形成された粒径が $1\mu\text{m}$ 以上 $2000\mu\text{m}$ 未満の増粒ヘドロ粒子12と、アルミナの微粉体を含むスラリーとの、混合物を作成する。次に、混合物中の水分を除去して乾燥させた後、 $1200\sim 1500^{\circ}\text{C}$ の温度で焼成させて、増粒ヘドロ粒子12の表面のアルミナを焼結させる。このような方法により、粒径制御性よく、均一な粒径の軽量アルミナ粒子を製造することができる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 目的粒子の核となる、軽量な材料で形成された粒径が  $1\mu\text{m}$  以上  $2000\mu\text{m}$  未満の芯粒体と、アルミナの微粉体を含むスラリーとの、混合物を作成し、前記混合物中の水分を除去して乾燥させた後、 $1200\sim 1500^\circ\text{C}$  の温度で焼成させて、前記芯粒体表面のアルミナを焼結させることを特徴とする軽量アルミナ粒子の製造方法。

【請求項 2】 請求項 1 記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体は、増粒ヘドロ粒子であることを特徴とする軽量アルミナ粒子の製造方法。

【請求項 3】 請求項 2 記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体の粒径は、 $1\sim 1000\mu\text{m}$  であることを特徴とする軽量アルミナ粒子の製造方法。

【請求項 4】 請求項 1 記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、

前記芯粒体は、樹脂小球体もしくは発砲スチロール粒子であることを特徴とする軽量アルミナ粒子の製造方法。

【請求項 5】 請求項 4 記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体の粒径は、 $20\mu\text{m}$  以上  $20\mu\text{m}$  未満であることを特徴とする軽量アルミナ粒子の製造方法。

【請求項 6】 請求項 1 ないし請求項 5 のいずれかに記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体は、前記焼成の後に粒子内部に残渣の状態で残留させることを特徴とする軽量アルミナ粒子の製造方法。

【請求項 7】 請求項 4 または請求項 5 に記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体は、前記焼成の後に粒子内部に樹脂小球体もしくは発砲体の状態で残留させることを特徴とする軽量アルミナ粒子の製造方法。

【請求項 8】 請求項 1 ないし請求項 7 のいずれかに記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体表面のアルミナ焼結体の厚さは、 $1\sim 200\mu\text{m}$  であることを特徴とする軽量アルミナ粒子の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は軽量アルミナ粒子の製造方法に関する。この軽量アルミナ粒子は、骨材、耐熱レンガ用材料、導電材料、熱伝導材料などに用いることができる。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、軽量アルミナ粒子の製造方法としては、熔融したアルミナ ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) に高圧空気を吹き付けることにより、図 5 に示すような中空部 1A を有するアルミナ粒子 1 を製造する方法がある (特開昭 5 2 -

50987)。このような空気を吹き付けて形成された中空状アルミナ粒子は、熔融したアルミナの物性などに従って  $200\sim 4000\mu\text{m}$  の粒径となる。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記した方法で製造されるアルミナ粒子の粒径は  $2000\sim 4000\mu\text{m}$  の範囲で不均一となる。すなわち、製造するアルミナ粒子の粒径を制御することが困難であった。また、このように高圧空気の吹き付けによりアルミナ粒子を製造する方法では、粒径が  $2000\mu\text{m}$  未満のアルミナ粒径を形成することができないという問題点があった。

【0004】 特に、アルミナ粒子の粒径は、機械的強度に影響を与える。アルミナ粒子の粒径が大きい場合、例えば粒径が  $2000\mu\text{m}$  以上であると、粒子間の隙間が大きくなり機械的強度が低下する。一方、アルミナ粒子の粒径が小さすぎると、粒子どうしの流動性が低下して成形性が悪くなる。また、粒径が小さいと粒子密度が高くなるため、軽量でなくなる。

【0005】 このため、アルミナ粒子を、機械的強度を要する骨材、耐火レンガ用材料などとして用いるには、その粒径を  $2000\mu\text{m}$  未満の所定の値にすることと、その粒径での均一化を図ることが重要となる。

【0006】 本発明が解決しようとする課題は、粒径制御性よく、均一な粒径の軽量アルミナ粒子を製造する方法を得るには、どのような手段を講じればよいかという点にある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 そこで、請求項 1 記載の発明は、目的粒子の核となる、軽量な材料で形成された粒径が  $1\mu\text{m}$  以上  $2000\mu\text{m}$  未満の芯粒体と、アルミナの微粉体を含むスラリーとの、混合物を作成し、前記混合物中の水分を除去して乾燥させた後、 $1200\sim 1500^\circ\text{C}$  の温度で焼成させて、前記芯粒体表面のアルミナを焼結させることを特徴とする。

【0008】 したがって、請求項 1 記載の発明では、目的粒子、すなわち軽量アルミナ粒子の核となる芯粒体の粒径を  $1\mu\text{m}$  以上  $2000\mu\text{m}$  未満に設定したことにより、焼成後の軽量アルミナ粒子の粒径を  $2000\mu\text{m}$  未満に設定することが可能となる。このため、軽量アルミナ粒子を骨材や軽量レンガ用材料として用いた場合に、機械的強度を確保することができる。また、軽量アルミナ粒子の粒径が  $1\mu\text{m}$  以上となるため、成形の際の流動性を確保することができる。

【0009】 請求項 2 記載の発明は、請求項 1 記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体は、増粒ヘドロ粒子であることを特徴とする。この発明では、芯粒体に増粒ヘドロ粒子を用いることで軽量なアルミナ粒子が形成できるとともに、製造コストを低下させることができる。また、この発明では、ヘドロの利用を図る

ことで環境問題の解決に貢献することができる。

【0010】請求項3記載の発明は、請求項1記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体が、増粒ヘドロ粒子の粒径が $1 \sim 1000 \mu\text{m}$ であることを特徴とする。この発明では、増粒ヘドロ粒子でなる芯粒体の粒径 $1 \sim 1000 \mu\text{m}$ とすることで、目的粒子（軽量アルミナ粒子）における増粒ヘドロ粒子の重さの比率を低くして目的粒子の比重を小さくして軽量化を図ることができる。

【0011】請求項4記載の発明は、請求項1の効果に加えて、比重の小さい樹脂小球体もしくは発砲スチロール粒子が芯粒体であるため、軽量アルミナ粒子の比重をより小さくしてさらに軽量化を図ることができる。

【0012】請求項5記載の発明は、請求項4記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体の粒径が、 $20 \mu\text{m}$ 以上 $2000 \mu\text{m}$ 未満であることを特徴とする。この発明では、芯粒体に樹脂小球体や発砲スチロール粒子を用いた $2000 \mu\text{m}$ 以下の軽量アルミナ粒子を製造することができる。

【0013】請求項6記載の発明は、請求項1ないし請求項5のいずれかに記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体が、前記焼成の後に粒子内部に残渣の状態で残留させることを特徴とする。この発明では、芯粒体を目的粒子内に残渣の状態で残留させることにより、芯粒体の重量の実質的な低減を図ることができるため、目的粒子（軽量アルミナ粒子）の比重をより小さくすることができる。また、芯粒体が残渣の状態で目的粒子内に残留するため、機械的強度を保持することができる。

【0014】請求項7記載の発明は、請求項4または請求項5に記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体が、前記焼成の後に粒子内部に樹脂小球体もしくは発砲体の状態で残留させることを特徴とする。この発明では、芯粒体が樹脂小球体もしくは発砲体の状態で残留するため、目的粒子の比重を小さくすることができる。

【0015】請求項8記載の発明は、請求項1ないし請求項7のいずれかに記載の軽量アルミナ粒子の製造方法であって、前記芯粒体表面のアルミナ焼結体の厚さは、 $1 \sim 200 \mu\text{m}$ であることを特徴とする。この発明では、アルミナ焼結体の厚さを $1 \sim 200 \mu\text{m}$ に設定することで、目的粒子の機械的強度を確保することができる。ちなみに、アルミナ焼結体の厚さは、スラリーに含まれるアルミナ微粉体の含有量を調整することにより制御することが可能となる。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、この発明に係る軽量アルミナ粒子の製造方法の詳細を実施形態に基づいて説明する。

【0017】（実施形態1）図1は実施形態1の軽量ア

ルミナ粒子の製造方法の工程を示すフローチャートである。同図に示すように、本実施形態では軽量アルミナ粒子の芯粒体としての増粒ヘドロ粒子を作成する。この増粒ヘドロ粒子の粒径は、 $1 \sim 1000 \mu\text{m}$ の範囲の所定の値に設定する。なお、増粒ヘドロ粒子は、採取したヘドロを増粒して製造した微粒子である。

【0018】一方、焼結するためのアルミナ微粉体を作成する。このアルミナ微粉体の粒径は、 $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ の範囲の適宜の値に設定する。次に、このアルミナ微粉体を含むスラリーを作成する。このスラリーにおけるアルミナ微粉体の含有量は、焼結されて形成されるアルミナ層の厚さに応じて適宜設定する。例えば、薄い膜厚のアルミナ層を形成する場合は、アルミナ微粉体の含有量の少ないスラリーを作成し、アルミナ層の厚さを厚くするにはアルミナ微粉体の含有量の多いスラリーを作成する。

【0019】次に、芯粒体である増粒ヘドロ粒子と、アルミナ微粉体を含むスラリーとを、スラリー付着機で混合して混合物を作成する。その後、この混合物中の水分を乾燥させる。

【0020】このように水分を除去して増粒ヘドロ粒子の周囲にアルミナを付着させたものを、焼成炉で焼成する。この焼成に伴う温度は、 $1200^\circ\text{C} \sim 1500^\circ\text{C}$ の範囲で適宜設定する。

【0021】ちなみに、本実施形態1では、アルミナ微粉体として、バイヤー法（Bayer process）とよばれる方法で製造されたものを用いる。このバイヤー法は、ボーキサイトを水酸化ナトリウム（ $\text{NaOH}$ ）により湿式分解し、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 分を抽出し、これを加水分解して $\text{Al}(\text{OH})_3$ に再結晶させたのち、 $1200^\circ\text{C}$ 以上で加熱脱水して $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ とするものである。バイヤー法で製造したアルミナは、粒径が約 $40 \mu\text{m}$ のものが99パーセント程度であるが、 $\text{Na}_2\text{O}$ を約0.5パーセントを含む。そこで、本実施形態では、さらに特殊処理を行い長時間焼成すると、 $\text{Na}_2\text{O}$ 分は0.04パーセント以下に減り、さらに粉碎効率の高い粉碎機を用いて、粒径を $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ としている。なお、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ は、高温できわめて安定なセラミックスである。

【0022】そして、本実施形態の製造方法を行った結果、図2に示すような軽量アルミナ粒子11が得られる。この軽量アルミナ粒子11は、内部に粒子の核（芯）としての増粒ヘドロ粒子12がある。また、増粒ヘドロ粒子12の表面には、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ が焼結したアルミナ層13が形成されている。本実施形態では、この軽量アルミナ粒子11の粒径を $2 \mu\text{m} \sim 2200 \mu\text{m}$ の範囲の値になるように制御することができる。例えば、増粒ヘドロ粒子12の粒径を $1 \sim 1000 \mu\text{m}$ とすると、アルミナ層13の厚さを $1 \sim 200 \mu\text{m}$ にすることができる。ここで、アルミナ層13の厚さを制御するには、スラリー中のアルミナの含有量を増減させたり、焼

成温度を1200℃～1500℃の範囲で変化させたり、焼成時間を適宜設定することで調整することが可能である。

【0023】軽量アルミナ粒子11の粒径は、機械的強度に影響を与える。軽量アルミナ粒子11の粒径が大きい場合、例えば粒径が2000μm以上であると、粒子間の隙間が大きくなり機械的強度が低下する。一方、軽量アルミナ粒子11の粒径が小さすぎると、粒子どうしの流動性が低下して成形性が悪くなる。また、粒径が小さいと粒子密度が高くなるため、軽量でなくなる。このため、軽量アルミナ粒子を、機械的強度を要する骨材、耐火レンガ用材料などとして用いるには、その粒径を2000μm未満の所定の値にすることと、その粒径での均一化を図ることが重要となる。

【0024】本実施形態1では、上記した手順で処理を行うことで、軽量アルミナ粒子11の粒径制御性がよく均一な粒径の軽量アルミナ粒子11を得ることができる。

【0025】（実施形態2）次に、本発明に係る軽量アルミナ粒子の製造方法の実施形態2を説明する。本実施形態2では軽量アルミナ粒子の芯粒体としての発砲スチロール粒子を作成する。この発砲スチロール粒子の粒径は、20～2000μmの範囲の所定の値に設定する。また、焼結するためのアルミナ微粉体を作成する。このアルミナ微粉体の粒径は、上記した実施形態1と同様に、0.1～10μmの範囲の適宜の値に設定する。次に、上記した実施形態1と同様にこのアルミナ微粉体を含むスラリーを作成する。

【0026】次に、芯粒体である発砲スチロール粒子と、アルミナ微粉体を含むスラリーとを、スラリー付着機で混合して混合物を作成する。その後、この混合物中の水分を乾燥させる。

【0027】このように水分を除去して発砲スチロール粒子の周囲にアルミナを付着させたものを、焼成炉で焼成する。この焼成に伴う温度は、1200℃～1500℃の範囲で適宜設定する。この結果、粒径が約20～2200μmの範囲の軽量アルミナ粒子を製造することができる。

【0028】図3は、本実施形態2で製造された軽量アルミナ粒子21を示している。この軽量アルミナ粒子21は、内部に発砲スチロール粒子22があり、その表面にアルミナ層23が形成されている。本実施形態2で製造された軽量アルミナ粒子21は、内部が発砲スチロール粒子22で構成されているため比重（1以下）が小さい。このため、本実施形態2で製造された軽量アルミナ粒子21は、より軽量な骨材として、または耐熱軽量レンガ用材料として用いることができる。なお、本実施形態2では、軽量アルミナ粒子21内に発砲スチロール粒子22が体積変化を起こさずに残留するように製造したが、焼成温度を適宜設定することで、図4に示すように

軽量アルミナ粒子21の内部に発砲スチロール粒子22の残渣22Aの状態で残留し、内部に空隙21Aが形成されたものを製造することもできる。

【0029】以上、実施形態1および実施形態2について説明したが、本発明はこれらに限定されるものではなく、構成の要旨に付随する各種の変更が可能である。例えば、上記した実施形態1および実施形態2では、表面にアルミナ層13、23が形成された粒子を形成したが、さらにアルミナ層13、23の表面に導電性材料膜を形成して、軽量導電材を製造することもできる。また、アルミナ層13、23の表面に熱伝導性の高い材料膜を付着・形成することで軽量熱伝導材を構成することも可能である。また、上記した実施形態1および実施形態2では、芯粒体として増粒ヘドロ粒子12や発砲スチロール粒子22を用いたが、これらに限定されるものではなく、他の合成樹脂や他の軽量な無機材を用いることができる。

【0030】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、請求項1記載の発明によれば、焼成後の軽量アルミナ粒子の粒径を2000μm未満に設定することが可能となる。このため、軽量アルミナ粒子を骨材や軽量レンガ用材料として用いた場合に、機械的強度を確保することができる。また、この発明では、軽量アルミナ粒子の粒径を任意に設定できるため、成形の際の流動性が良好な粒径に設定することができる。

【0031】請求項2および請求項3に記載の発明によれば、請求項1の効果に加えて、増粒ヘドロ粒子でなる芯粒体の粒径1～1000μmとすることで、目的粒子（軽量アルミナ粒子）における増粒ヘドロ粒子の重さの比率を低くして目的粒子の比重を小さくすることができる。また、ヘドロの有効利用が可能となり、環境問題の解決に寄与することができる。

【0032】請求項4記載の発明によれば、比重の小さい樹脂小球体もしくは発砲スチロール粒子が芯粒体であるため、軽量アルミナ粒子の比重を小さくでき軽量化を図ることができる。なお、このように樹脂小球体や発砲スチロール粒子を芯粒体として用いる場合には、焼結されて形成されるアルミナ層の厚さを厚くすることで機械的強度の向上を図ることができる。

【0033】請求項5記載の発明によれば、芯粒体に樹脂小球体や発砲スチロール粒子を用いた2000μm以下の軽量アルミナ粒子を製造することができる。このため、機械的強度と成形性のよい軽量アルミナ粒子を提供できる。

【0034】請求項6記載の発明によれば、請求項1ないし請求項5の効果に加えて、芯粒体を目的粒子内に残渣の状態で残留させることにより、芯粒体の重量の実質的な低減を図ることができるため、軽量アルミナ粒子の比重をより小さくすることができる。また、芯粒体が残

渣の状態に目的粒子内に残留するため、機械的強度を保持することができる。

【0035】請求項7記載の発明によれば、請求項4および請求項5の効果に加えて、芯粒子が樹脂小球体もしくは発砲体の状態で残留するため、軽量アルミナ粒子の比重を小さくするとともに、機械的強度を向上することができる。

【0036】請求項8記載の発明によれば、アルミナ焼結体の厚さを1～200 $\mu$ mに設定することで、目的粒子の機械的強度を確保することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る軽量アルミナ粒子の製造方法の実施形態1を示すフローチャートである。

【図2】実施形態1の製造方法で形成された軽量アルミ

ナ粒子の断面図である。

【図3】実施形態2の製造方法で形成された軽量アルミナ粒子の断面図である。

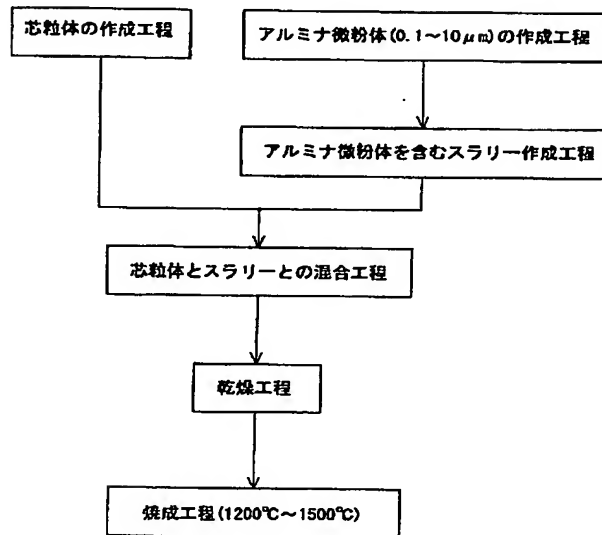
【図4】実施形態2の変形例を示す断面図である。

【図5】従来の軽量アルミナ粒子の断面図である。

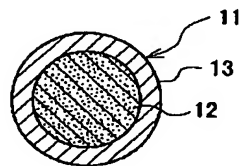
【符号の説明】

- 11 軽量アルミナ粒子
- 12 増粒ヘドロ粒子
- 13 アルミナ層
- 21 軽量アルミナ粒子
- 21A 空隙
- 22 発砲スチロール粒子
- 23 アルミナ層

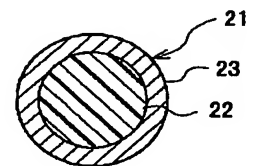
【図1】



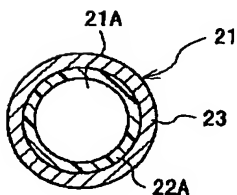
【図2】



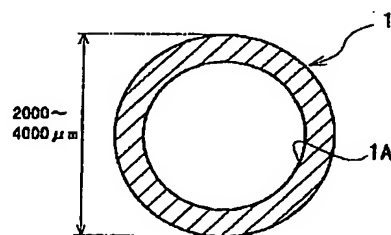
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4G004 BA00

4G076 AA02 AA24 AB11 AB28 AC02

BA42 BC08 BF10 CA26 DA30

FA01